

## JP 50-7571

---

### Separating propylene oxide and water

Patent Assignee: ATLANTIC RICHFIELD CO

Patent Family							
Patent Number	Kind	Date	Application Number	Kind	Date	Week	Type
BE 748426	A					197040	B
NL 7004750	A					197041	
DE 2015602	A					197042	
FR 2038241	A					197112	
US 3607669	A					197142	
GB 1253943	A					197145	
JP 75007571	B	19750327				197517	
DE 2015602	B	19771013				197742	

**Priority Applications (Number Kind Date):** US 69813727 A ( 19690404)

#### Abstract:

BE 748426 A.

Separating propylene oxide and water The process comprises: (a) distillation of a charge of the title mixt. in the presence of 8-12C paraffin, e.g. octane in sufficient quantity to separate the oxide and H<sub>2</sub>O, (esp. 5-40 pts. by wt. of paraffin per. pt. oxide in the charge), and (b) recovering major part of oxide and paraffin as a tail fraction (I) and most of H<sub>2</sub>O as a first fraction; I can be subjected to further sepn. in order to remove the paraffin which is recycled to the column.

Derwent World Patents Index

© 2006 Derwent Information Ltd. All rights reserved.

Dialog® File Number 351 Accession Number 736727

⑤ Int. Cl.<sup>2</sup>

C 07 D 301/32  
C 07 D 303/04

⑥ 日本分類

16 B 421

⑦ 日本国特許庁

⑧ 特許出願公告

昭50-7571

# 特 許 公 報

⑨ 公告 昭和50年(1975) 3月27日

発明の教 1

(全 3 頁)

1

## ④ 酸化プロピレンを水から分離する方法

① 特 願 昭 45-28966

② 出 願 昭 45(1970) 4月4日

優先権主張 ③ 1969年4月4日 ④ アメリカ 5  
国 ⑤ 813727

⑥ 発 明 者 ジョン・デスター・ジャビン・  
ジュニア

アメリカ合衆国ペンシルバニア州  
ウォーリング・フォード・ファイル 10  
デス・レーン

⑦ 出 願 人 アトランティック・リッヂフイー  
ルド・カンパニー

アメリカ合衆国ニューヨーク州  
ニューヨーク・フィフス・アベニ 15  
ユ717コーニング・グラス・ピ  
ルディング内

⑧ 代 理 人 弁理士 猪股清 外2名

## 発明の詳細な説明

本発明は水から酸化プロピレンを分離する方法  
に関するものである。

酸化プロピレンは高度に吸湿性であるので、そ  
の水による汚染が酸化プロピレンの製造および貯  
蔵において重大な問題となつてゐる。プロピレン 25  
のエポキシ化において、反応生成物の中に水の汚  
染分が見出される。酸化プロピレンが重合反応に  
用いられるばあい、水の存在がこの重合に干渉す  
る。沸点の差違のため(酸化プロピレン=35℃)、  
従来の技術においては蒸留法を用い、酸化プロピ 30  
レンをオーバーヘッドとして取り出し、水をボット  
ムとして除去していた。この技術における1つの  
問題は、この蒸留において工業的に望ましい圧力  
(すなわち30~40 psia)において水と酸化プロ  
ピレンが共沸混合物を生じることである。した 35  
がつて、はるかに低い圧力(約20 psia)の蒸留  
塔で操作して、共沸混合物の形成に近づくことさ

2

えもさけなければならない。このような低圧では、  
凝縮費用および反応塔費用が高くなる。圧力が  
20 psia よりもはるかに低いばあいには、これ  
らの費用は禁止的となる。

本発明によつて、蒸留剤として非環式パラフイ  
ンを蒸留工程に加えることによつてひろい圧力範  
囲にわたつて非常に能率的な分離が行なわれると  
いうことが発見された。このパラフインは、酸化  
プロピレンの揮発性に対して、水の揮発性を変え、  
効果的な分離を可能とする。さらにまた、このパ  
ラフインは高圧における水と酸化プロピレンとの  
共沸混合物の形成を妨げる。さらに、20 psia  
における通常の蒸留法においては7~10程度の  
還流対装入物重量比が必要であるが、本発明の方  
法においては、同じ圧力において必要な還流比は  
2~4に過ぎない。このように還流比が低いので  
製造費用が安くなり、また小型の装置を用いるこ  
とができる。

本発明によれば、酸化プロピレンを水から分離  
20 する方法において、(a)酸化プロピレンと水の供給  
混合体を、8~12の炭素原子を有する非環式パ  
ラフインの存在において蒸留し、前記パラフイン  
は酸化プロピレンを水から分離することができる  
のに十分な量で用いられるようにする段階と、(b)  
酸化プロピレンとパラフインの大部分をボトムと  
して、また水の大部分をオーバーヘッドとして除去  
する段階とを含む方法が提供される。

このようにして、酸化プロピレンと水の混合体  
を、8~12の炭素原子を含む非環式パラフイン  
の存在において蒸留することによつて酸化プロピ  
レンを水から分離する方法が提供される。パラフ  
インは酸化プロピレンを水から分離するのに充分  
な量存在する。酸化プロピレンとパラフインはボ  
トムとして除去され、水はオーバーヘッドとして取  
り出される。この型の分離法は、水が少量成分と  
して存在する酸化プロピレンと水とのすべての単  
相混合体について用いることができる。また相分

(2)

特公 昭50-7571

3

酸は、酸化プロピレン中の最大可溶度に対応する濃度で生じる。このような蒸留法は、水が混合体重量の約0.1～5重量%を占める酸化プロピレン/水混合体にもつとも適している。

前記のパラフィン、飽和した、非環式炭化水素であつて8～12の炭素原子を含むものとすることができる。望むらくは、このパラフィンは8～10の炭素原子を含む。たとえば、オクタン、イソオクタン、ノナン、デカン、ウンデカン、ドデカン、を用いることができる。酸化プロピレンと共沸混合しないパラフィンをを用いることが望ましい。この方法によつて、酸化プロピレンとパラフィンの困難な下流分離工程を除くことができる。

パラフィンが、水の有効沸点を酸化プロピレンの沸点以下少なくとも50℃まで下げることができ、程度の量存在するばあいにもつとも良い分離が行なわれる。大抵の分離のばあい、酸化プロピレン重量1部あたり約5～約40重量部のパラフィン濃度で充分である。望むらくは、このパラフィン濃度は装入量中の酸化プロピレン1部あたり10～30重量部の濃度範囲が望ましい。供給されるパラフィンの重量比が約15であるばあいに工業規模の工程は非常によく行なわれた。この分離工程は通常の分離条件で行なうことができる。たとえば、約20～約30 psia の範囲の圧力および約250°F～約300°Fの温度範囲（いずれも蒸留塔の底部において測定されたもの）を用いることができる。この圧力範囲は、(1)オーバーヘッドが適当な温度において、望むらくは、約100°Fにおいて凝縮して冷却の必要がないように、また(2)酸化プロピレンと水が反応して余分量のクリコールを形成しない程度に蒸留塔温度が低くなるように選ばれる。望むらくは、装入物およびパラフィンは蒸留塔の頂点の近くから導入され、パラフィンは装入物の上方から導入されるようにする。水ならびに酸化プロピレンの一部がオーバーヘッドとして取り出され、その一部が蒸留塔に再循環させられて必要な環流を行なう。

オーバーヘッドが水と酸化プロピレンから成るのであるから、酸化プロピレン中の水の最大可溶度をこえて分離水相が生じる温度に補助冷却することによつて還流効率を増大させることができる。

この分離水相を傾しやし、このようにして富化された酸化プロピレン流を蒸留塔に対する還流と

4

して用いることができる。還流中の水量は、またパラフィンをオーバーヘッドの中に噴入することによつて減少することができる。この方法は、パラフィンを直接にオーバーヘッドに対して加えるか、あるいはまた蒸留塔の中のパラフィンの一部をオーバーヘッドから出させる方法によつて行なうことができる。パラフィンは酸化プロピレンによつて溶解され、疎水性であるから、混合体から水をある程度出すことになる。そこで分離した水流は傾しやされ、富化された酸化プロピレン部分が還流として用いられる。還流から水を取り除くために、前記のパラフィン噴入法と補助冷却法の両方を結合して用いることもできる。

またパラフィンの疎水性を利用して、水を装入物から除くことができる。すなわち蒸留塔に入る前にパラフィンの一部を装入物に加え分離された水相を沈殿させる装入物から傾しやさせることができる。

ボトムはパラフィンと大部分の酸化プロピレンを含んでいる。炭素原子6個および5個の炭化水素または軽成分のごとき他の不純物が装入物の中に存在する可能性がある。しかしながら、このような不純物が酸化プロピレンと水の分離に干渉しないかぎり、これらの不純物はオーバーヘッドとして水とともに取り出し、あるいはまたボトムとして酸化プロピレンとともに除くことができる。ボトムはさらに分離工程を行なつて、パラフィンを酸化プロピレンから除く。つぎにこのパラフィンをカラムに循環させる。

以下本発明を例によつて説明するが、本発明はこの例にかぎられるものではない。

#### 例 1

酸化プロピレン/水混合体(0.42ポンド H<sub>2</sub>O/100# 混合体を含む)を蒸留塔に装入する。この蒸留塔85の弁型蒸留タナ板を含んでいる。装入物は蒸気塔の頂上から23番目のタナ板に導入され、またこの蒸留塔はオーバーヘッドにおいて194°F、ボトムで264°Fおよび25 psi で作動した。オクタンはこれらのタナ板の上方に導入される。パラフィンと装入物の重量比は26である。この蒸留塔を、還流対オーバーヘッドの重量比17で作動した。還流対装入量の重量比は2.7であつた。ボトムは酸化プロピレンとオクタンを含み、装入物100ポンドあたり0.02ポ

(3)

特公 昭 50 - 7571

5

6

ント以下の水含有量を有する。オーバヘッドは、  
残部の水と、酸化プロピレンの一部（装入物  
100ポンドあたり15ポンドの酸化プロピレン）  
とを含んでいる。

前記のパラフィンに水の有効沸点を $-30^{\circ}\text{F}$ （ $-34^{\circ}\text{C}$ ）に下げた。酸化プロピレンの沸点は  
 $122^{\circ}\text{F}$ （ $50^{\circ}\text{C}$ ）であつた。

溶剤を1番上のタナ板に装入すると、この溶剤  
の一部がオーバヘッドとして出てきて、この溶剤  
をオーバヘッドから回収するために小さな補助的  
蒸留塔を必要とする。溶剤を蒸留塔のもつと下方  
（すなわち1番上から5番目ないし10番目のタ  
ナ板）に導入することによつてこのような工程を  
はぶくことができる。

#### 特許請求の範囲

1 (a)酸化プロピレンと水とから成る装入混合体  
を、8~12の炭素原子を含む非環式パラフィンの  
存在において、前記パラフィンは水から酸化プロ  
ピレンを分離することのできる量用いるように  
して蒸留する段階と、(b)酸化プロピレンの大部分  
とパラフィンをボトムとして除去し水の大部分を  
オーバヘッドとして除去する段階とを含む酸化プロ  
ピレンを水から分離する方法。

#### 引用文献

米国特許 3071601  
米国特許 3337425  
25 米国特許 3338800  
英国特許 1059669